

Sintesis Bahan Magnetik Pseudobrookite Fe_2TiO_5 Berbasis Sumber Daya Mineral Lokal (Prijo Sardjono)

Akreditasi LIPI Nomor : 395/D/2012

Tanggal 24 April 2012

SINTESIS BAHAN MAGNETIK PSEUDOBROOKITE Fe_2TiO_5 BERBASIS SUMBER DAYA MINERAL LOKAL

Prijo Sardjono¹, Wisnu Ari Adi² dan Sudirman²

¹Pusat Penelitian Fisika (P2F) - LIPI

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan

²Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan

e-mail: priyo_sardjono@yahoo.com

Diterima: 29 Juni 2012

Diperbaiki: 03 Januari 2013

Disetujui: 14 Februari 2013

ABSTRAK

SINTESIS BAHAN MAGNETIK PSEUDOBROOKITE Fe_2TiO_5 BERBASIS SUMBER DAYA MINERAL LOKAL. Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi bahan magnet *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 dari sumber daya alam lokal pasir besi. Mineral pasir besi diperoleh dari pesisir pantai Banten. Pasir besi ini dipreparasi dengan teknik *mechanical milling* untuk memperoleh ukuran partikel yang kecil. Kemudian pasir besi hasil *milling* dilakukan *leaching* dan *separator magnetic* untuk menghilangkan pengotor-pengotor non magnetik. Hasil pemisahan dengan *separator magnetic* ditambahkan TiO_2 sesuai kaidah stoikiometri untuk dibuat bahan magnet *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 . Sintesis *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 menggunakan metode reaksi padatan melalui proses *mechanical milling* dan di *sintering* pada suhu 1.000 °C selama 5 jam. Hasil *refinement* dari pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa telah terbentuk bahan magnet *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 dengan struktur kristal orthorombik (grup ruang C m c m), parameter kisi $a = 3,7233(5) \text{ \AA}$; $b = 9,774(1) \text{ \AA}$ dan $c = 9,968(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, volume unit sel sebesar $V = 362,8(1) \text{ \AA}^3$ dan kerapatan atomik sebesar $\rho = 4,178 \text{ g.cm}^{-3}$. Hasil pengukuran sifat magnetik menunjukkan bahwa *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 hasil sintesis bersifat *soft magnet* dengan medan koersivitas dan magnetisasi remanen berturut-turut adalah 461 Oe dan 0,2 emu/g. Disimpulkan bahwa telah berhasil dibuat bahan magnet *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 dari bahan baku sumber daya alam lokal pasir besi.

Kata kunci: Pasir besi, Magnet, *Pseudobrookite*, Fe_2TiO_5 , Struktur kristal, Strukturmikro

ABSTRACT

SYNTHESIS OF MAGNETIC MATERIALS PSEUDOBROOKITE Fe_2TiO_5 FROM LOCAL RESOURCES OF MINERAL. The synthesis and characterization of magnetic materials *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 from local resources of iron sand has been performed. Iron sand mineral is obtained from the coast of Banten. Iron sand is prepared by mechanical milling technique to obtain a small particle size. Then sand iron is carried out leaching and magnetic separator to separates non-magnetic impurities. And then the separation results with magnetic separator is added TiO_2 according to the rules of stoichiometric to made magnetic material *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 . Synthesis of *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 use solid state reaction through a process of mechanical milling and sintered at a temperature of 1000 °C for 5 hours. Refinement results of X-Ray Diffraction pattern showed that the magnetic material *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 has been formed of good with the crystal structure of orthorombic (space group C m c m), lattice parameters $a = 3.7233(5) \text{ \AA}$, $b = 9.774(1) \text{ \AA}$ and $c = 9.968(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, the unit cell volume of $V = 362.8(1) \text{ \AA}^3$ and atomic density of $\rho = 4.178 \text{ g.cm}^{-3}$. The measurement results of the magnetic properties indicate that the *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 is soft magnet, and had coercivity field and remanence magnetization are 461 Oe and 0.2 emu/g, respectively. We concluded that this study has successfully made a magnetic material *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 from local resources of iron sands.

Keywords: Iron sand, Magnet, *Pseudobrookite*, Fe_2TiO_5 , Crystal structure, Microstructure

PENDAHULUAN

Sumber daya mineral merupakan salah satu cadangan devisa Negara yang potensial untuk dikembangkan. Indonesia memiliki sumber daya mineral yang sangat melimpah, namun pengolahan komoditas

sumber daya mineral ini terbatas dan belum optimal. Pasir besi merupakan salah satu komoditas sumber daya mineral logam. Pasir besi di Indonesia berjumlah lebih dari 2 miliar ton dan tersebar di sepanjang pantai selatan Jawa, Sumatra dan Nusa Tenggara Barat dengan kandungan unsur utamanya adalah besi dan titanium, walaupun juga didapati kandungan silikon dan alumunium dengan jumlah yang relatif kecil. Pasir besi ini berbentuk mineral tertentu seperti ilmenit atau titanomagnetit. Pengolahan pasir besi ini hingga kini masih belum ditangani secara baik dan terintegrasi. Salah satu penyebab utama adalah kurangnya kepedulian untuk memanfaatkan sumber daya mineral ini menjadi komoditas yang sangat potensial untuk diaplikasikan di segala sektor industri.

Pasir besi yang berada dipesisir pantai Banten memiliki kandungan ilmenit yang relatif tinggi hingga mencapai 75 % setelah melalui proses separator magnetik. Keberadaan ilmenit ini berpotensi untuk dikembangkan menjadi bahan magnet berbasis *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 . Fe_2TiO_5 merupakan bahan semikonduktor [1]. Bahan ini memiliki transisi *magnetic spin glass* pada 53 K [2]. Fe_2TiO_5 dapat dimanfaatkan sebagai bahan *filter optic* [3], fotokatalis [4-5], fotoelektroda untuk elektrolisis air [6], anoda baterai [7], pigmen warna kuning [8] dan dapat digunakan sebagai membran pada suhu tinggi untuk aplikasi *fuel cell* [9]. Pada umumnya sintesis Fe_2TiO_5 menggunakan bahan baku Fe_2O_3 dan TiO_2 melalui metode reaksi padatan [10] dan metode sol-gel untuk mendapatkan nanopartikel Fe_2TiO_5 [11].

Pada penelitian ini akan dilakukan studi pendahuluan untuk mengolah mineral pasir besi yang diharapkan dapat digunakan untuk membuat bahan magnet *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 . Pada awalnya akan dilakukan identifikasi fasa dari bahan pasir besi yang digunakan. Kemudian berdasarkan hasil identifikasi tersebut dilakukan sintesis bahan magnet *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 tersebut. Tujuan penelitian ini untuk mensintesis dan mengkarakterisasi bahan magnet *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 dari sumber mineral lokal pasir besi. Mengingat kompleksnya unsur dan fasa yang terkandung di dalam mineral pasir besi ini, maka pembahasan pada studi pendahuluan ini akan difokuskan pada tinjauan analisis struktural serta sifat magnetik bahan magnet *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 yang dihasilkan.

METODE PERCOBAAN

Mineral pasir besi dicuplik dari daerah pesisir pantai Banten. Magnetik separator digunakan untuk memisahkan impuritas dari bahan yang bersifat non magnetik seperti silika atau alumunium silikat. Pasir besi dari hasil seperator magnetik di *leaching* kemudian dihaluskan dengan menggunakan alat *High Energy Milling (HEM)* Spex 8000 selama 10 jam.

Berdasarkan hasil analisis fasa akan diperoleh kandungan besi dan titanium dalam sampel, sehingga dapat dihitung komposisi bahan magnet *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 .

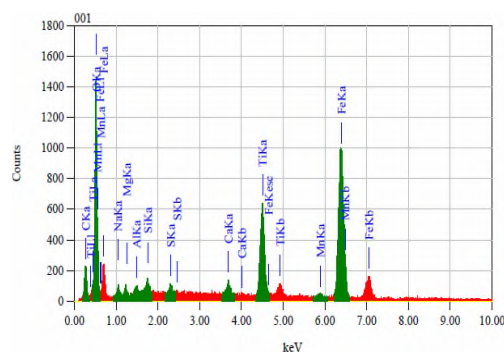
Sintesis bahan magnet *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 dilakukan menggunakan metode reaksi padatan dengan menambahkan oksida penyusun TiO_2 . Kedua bahan tersebut dicampur menggunakan alat *HEM* selama 10 jam dengan spesifikasi kecepatan normal 1400 *rpm*. Tujuan *milling* ini agar diperoleh campuran yang homogen dan partikel yang relatif kecil sehingga pada saat *disintering* akan memudahkan proses difusi antar partikel. Campuran hasil proses *milling* kemudian dibuat sampel pelet dengan tekanan kompaksi 5.000 *psi*. Sampel pelet tersebut *disintering* pada suhu 1.000 °C selama 5 jam dan didinginkan di dalam lingkungan *furnace*.

Analisis kualitas dan kuantitas fasa-fasa yang ada di dalam sampel diukur menggunakan alat *X-Ray Diffractometer (XRD)* Philip tipe PW1710. Pengukuran pola difraksi sampel dilakukan dengan berkas sinar-X dari *tube anode Cu (copper)* dengan panjang gelombang, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, *mode = continuous-scan*, *step size* = 0,02° dan *time per step* = 0,5 detik. Profil difraksi sinar-X dianalisis menggunakan perangkat lunak *GSAS (Rietveld Analysis)* [12]. Morfologi permukaan diamati dengan *Scanning Electron Microscope (SEM)*. Analisis unsur diukur dengan *Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)*. Sedangkan sifat magnetik sampel dilakukan dengan menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada Gambar 1 diperlihatkan hasil analisis elementer menggunakan *Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)* pada sampel pasir besi hasil separator magnetik.

Spektrum energi yang dihasilkan menunjukkan bahwa unsur yang muncul adalah Besi (Fe), Mangan (Mn), Titanium (Ti), Kalsium (Ca), Sulfur (S), Silikon (Si), Alumunium (Al), Magnesium (Mg), Natrium (Na), Oksigen (O) dan Karbon (C) yang berturut-turut berada pada energi 6,398 keV, 5,894 keV, 4,508 keV, 3,690 keV, 2,307 keV, 1,739 keV, 1,486 keV, 1,253 keV, 1,041 keV,



Gambar 1. Analisis elementer dengan menggunakan EDS sampel pasir besi hasil separator magnetik

Tabel 1. Hasil analisis elementer menggunakan EDS

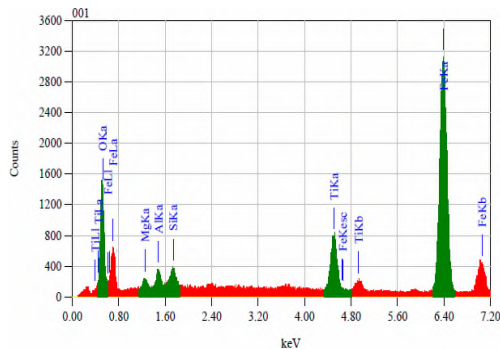
No.	Nama	Unsur	Kandungan (%berat)
1.	Besi	Fe	$37,84 \pm 0,18$
2.	Mangan	Mn	$0,08 \pm 0,17$
3.	Titanium	Ti	$8,69 \pm 0,09$
4.	Kalsium	Ca	$0,78 \pm 0,08$
5.	Sulfur	S	$0,40 \pm 0,05$
6.	Silikon	Si	$3,08 \pm 0,07$
7.	Alumunium	Al	$0,44 \pm 0,08$
8.	Magnesium	Mg	$1,08 \pm 0,09$
9.	Natrium	Na	$0,43 \pm 0,12$
10.	Oksigen	O	$37,55 \pm 0,11$
11.	Carbon	C	$9,63 \pm 0,07$

0,525 keV dan 0,277 keV dengan panjang gelombang $K\alpha$. Secara rinci kandungan unsur yang ada di dalam sampel pasir besi hasil separator magnetik ini ditunjukkan pada Tabel 1.

Berdasarkan hasil analisis elementer menunjukkan bahwa sampel pasir besi hasil separator memiliki pengotor yang relatif banyak walaupun kandungannya sangat kecil. Sehingga diperlukan proses *milling*, *leaching* dan separator magnetik yang dapat menghilangkan pengotor tersebut.

Pada Gambar 2 diperlihatkan hasil analisis elementer menggunakan EDS pada sampel pasir besi hasil proses *milling*, *leaching* dan separator magnetik.

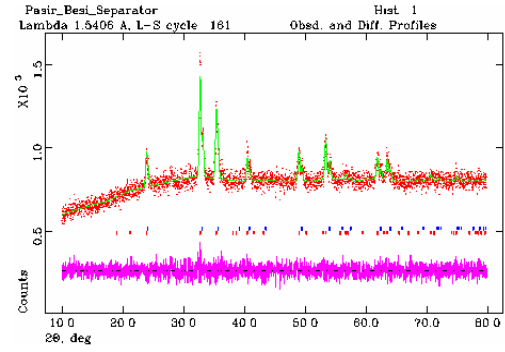
Spektrum energi yang dihasilkan menunjukkan bahwa unsur yang muncul adalah Besi (Fe), Titanium



Gambar 2. Analisa elementer dengan menggunakan EDS sampel hasil proses *milling*, *leaching* dan separator magnetik.

Tabel 2. Hasil analisis elementer menggunakan EDS

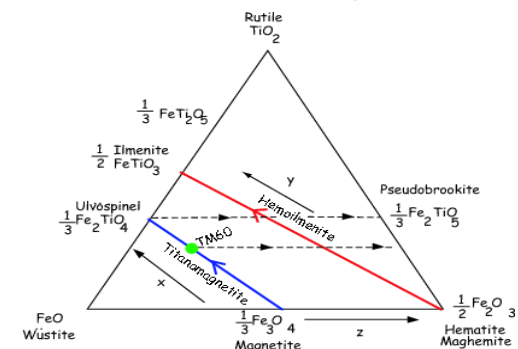
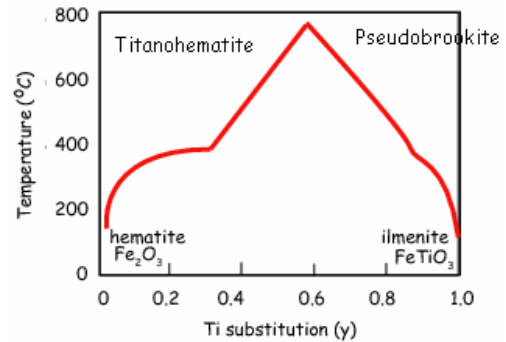
No.	Nama	Unsur	Kandungan (%berat)
1.	Besi	Fe	$66,88 \pm 0,37$
2.	Titanium	Ti	$8,64 \pm 0,23$
3.	Silikon	Si	$1,19 \pm 0,17$
4.	Alumunium	Al	$1,82 \pm 0,19$
5.	Magnesium	Mg	$1,21 \pm 0,23$
6.	Oksigen	O	$20,26 \pm 0,22$



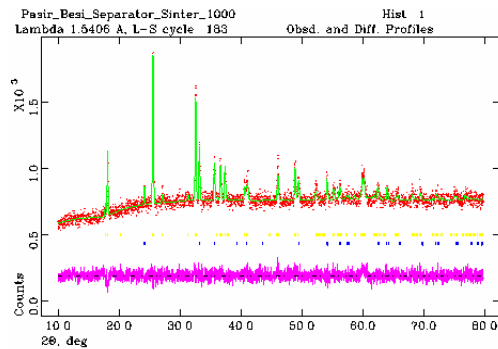
Gambar 3. Refinement pola difraksi sinar-X sampel pasir besi hasil proses *milling*, *leaching* dan separator magnetik

(Ti), Silikon (Si), Alumunium (Al), Magnesium (Mg) dan Oksigen (O) yang berturut-turut berada pada energi 6,398 keV, 4,508 keV, 1,739 keV, 1,486 keV, 1,253 keV dan 0,525 keV dengan panjang gelombang $K\alpha$. Secara rinci kandungan unsur yang ada di dalam sampel pasir besi hasil proses *milling*, *leaching* dan separator magnetik ini ditunjukkan pada Tabel 2.

Pada Gambar 3 ditunjukkan hasil *refinement* pola difraksi sinar-X sampel pasir besi proses *milling*, *leaching* dan separator magnetik. Hasil *refinement* dari pola difraksi sinar-X diperoleh bahwa sampel memiliki dua fasa, yaitu fasa *ilmenite* dan fasa *hematite* dengan fraksi massa berturut-turut sebesar 75,78 % berat dan 24,22 % berat. *Ilmenite* memiliki struktur heksagonal dengan grup ruang (*space group*) $R-3$, parameter kisi $a = b = 5,072(1) \text{ \AA}$ dan $c = 13,983(3) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = 90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$, $V = 311,5(1) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 4,852 \text{ g.cm}^{-3}$. Sedangkan *hematite* memiliki struktur heksagonal dengan grup ruang (*space group*) $R-3c$, parameter kisi $a = b =$



Gambar 4. Diagram fasa pseudobrookite [15]



Gambar 5. Refinement pola difraksi sinar-X sampel pasir besi hasil proses *milling*, *leaching* dan separator magnetik yang dipanaskan pada suhu 1.000 °C

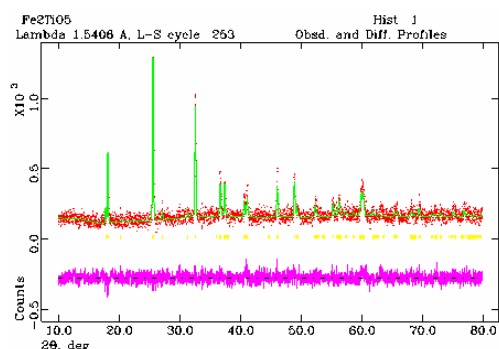
5,039(2) Å dan $c = 13,793(8)$ Å, $\alpha = \beta = 90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$, $V = 303,3(3)$ Å³ dan $\rho = 5,244$ g.cm⁻³.

Kandungan *ilmenite* pada pasir besi ini relatif tinggi sehingga berdasarkan diagram fasa menunjukkan bahwa pemanasan *ilmenite* ini dapat bertransformasi fasa menjadi *pseudobrookite* dengan mengikat ion-ion besi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.

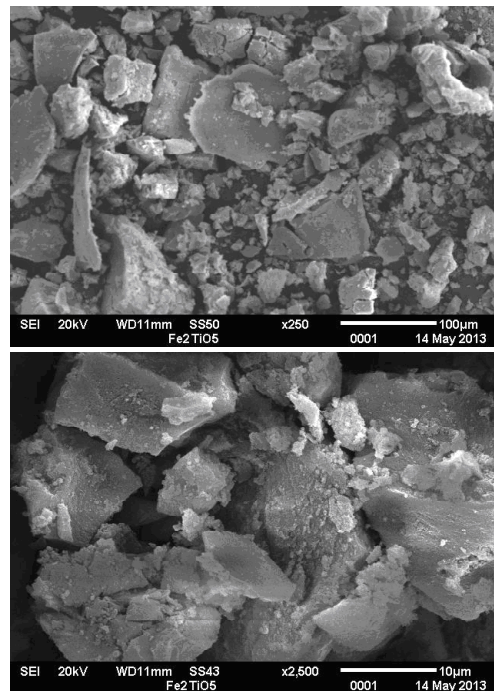
Pada Gambar 5 ditunjukkan hasil *refinement* pola difraksi sinar-X sampel pasir besi hasil proses *milling*, *leaching* dan separator magnetik yang dipanaskan pada suhu 1.000 °C.

Hasil *refinement* dari pola difraksi sinar-X diperoleh bahwa sampel memiliki dua fasa, yaitu fasa *pseudobrookite* dan fasa hematite dengan fraksi massa berturut-turut sebesar 78,77 % berat dan 21,23 % berat. *Pseudobrookite* memiliki struktur ortorombik dengan grup ruang (*space group*) $Cmcm$, parameter kisi $a = 3,7235(4)$ Å; $b = 9,774(1)$ Å dan $c = 9,968(1)$ Å, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, $V = 362,8(1)$ Å³ dan $\rho = 4,385$ g.cm⁻³. Sedangkan *hematite* memiliki struktur heksagonal dengan grup ruang (*space group*) $R\bar{3}c$, parameter kisi $a = b = 5,0335(9)$ Å dan $c = 13,727(3)$ Å, $\alpha = \beta = 90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$, $V = 301,2(1)$ Å³ dan $\rho = 5,282$ g.cm⁻³.

Pseudobrookite terbentuk dari hasil transformasi fasa *ilmenite* dengan mengikat besi yang ada pada fasa hematite, sehingga tampak fraksi *hematite* menurun. Dengan demikian dengan menambahkan TiO₂ sesuai dengan prinsip stoikiometri diharapkan dapat bereaksi dengan *hematite* membentuk *pseudobrookite*.



Gambar 6. Refinement pola difraksi sinar-X sampel *pseudobrookite* yang dipanaskan pada suhu 1.000 °C.



Gambar 7. Morfologi permukaan sampel *pseudobrookite* hasil sintesis yang dipanaskan pada suhu 1.000 °C

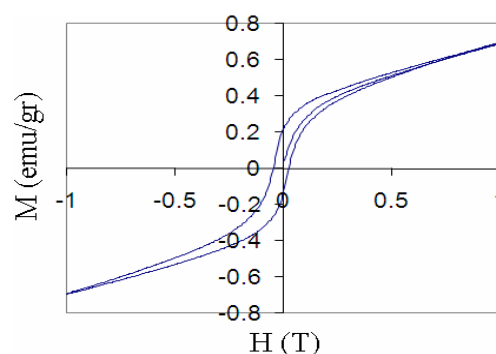
Pada Gambar 6 ditunjukkan hasil *refinement* pola difraksi sinar-X sampel *pseudobrookite* hasil sintesis yang dipanaskan pada suhu 1.000 °C.

Hasil *refinement* dari pola difraksi sinar-X diperoleh bahwa sampel merupakan fasa tunggal, yaitu fasa *pseudobrookite* yang memiliki struktur ortorombik dengan grup ruang (*space group*) $Cmcm$, parameter kisi $a = 3,7233(5)$ Å; $b = 9,774(1)$ Å dan $c = 9,968(1)$ Å, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, $V = 362,8(1)$ Å³ dan $\rho = 4,178$ g.cm⁻³.

Pada Gambar 7 diperlihatkan hasil pengamatan morfologi permukaan sampel *pseudobrookite* hasil sintesis yang dipanaskan pada suhu 1.000 °C.

Berdasarkan hasil analisis elementer dan morfologi partikel tampak bahwa sampel memiliki strukturmikro yang homogen dan terdistribusi merata diseluruh permukaan sampel.

Pada Gambar 8 diperlihatkan hasil pengujian sifat magnetik sampel *pseudobrookite* hasil sintesis yang dipanaskan pada suhu 1.000 °C.



Gambar 8. Sifat magnetik *pseudobrookite* hasil sintesis yang dipanaskan pada suhu 1.000 °C

Pada Gambar 4 memperlihatkan kurva tidak berbentuk garis lurus, dengan kata lain bahwa hubungan antara M dan H tidak linier. Hal ini menunjukkan bahwa pseudobrookite memiliki sifat feromagnetik. Sifat magnetik pada bahan ini muncul karena adanya interaksi magnetik antara Fe^{2+} dengan Fe^{3+} melalui mekanisme *double exchange* akibat hadirnya magnesium yang menyebabkan ketidakseimbangan dari ion Fe [13]. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa struktur kristal dan distribusi kationik pada pseudobrookite [14]. Kemudian ketika intensitas medan magnet H diturunkan hingga mencapai $H = 0$, nilai M tidak kembali melewati lintasan kurva semula. Pada harga $H = 0$ ini, magnetisasi M mempunyai sebesar 0,2 emu/g. Kondisi ini disebut dengan magnetisasi remanen M_r atau remanensi bahan. Selanjutnya harga intensitas medan magnet H diturunkan terus (berharga negatif), kurva M akan memotong sumbu pada medan magnet 461 Oe yang dinotasikan sebagai H_c . Intensitas H_c yang diperlukan untuk membuat rapat fluks $B = 0$ atau menghilangkan fluks dalam bahan. Intensitas magnet H_c ini disebut koersivitas bahan atau medan koersivitas. Berdasarkan kurva histeresis ini maka hasil sintesis pseudobrookite dari bahan pasir besi ini tergolong pada bahan soft magnet.

KESIMPULAN

Sintesis dan karakterisasi bahan magnet pseudobrookite Fe_2TiO_5 dari sumber daya alam lokal pasir besi telah dilakukan. Hasil refinement dari pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa telah terbentuk bahan magnet pseudobrookite Fe_2TiO_5 dengan struktur kristal orthorombik (grup ruang $Cmcm$), parameter kisi $a = 3,7233(5) \text{ \AA}$; $b = 9,774(1) \text{ \AA}$ dan $c = 9,968(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, volume unit sel sebesar $V = 362,8(1) \text{ \AA}^3$ dan kerapatan atomik sebesar $\rho = 4,178 \text{ g.cm}^{-3}$. Hasil pengukuran sifat magnetik menunjukkan bahwa pseudobrookite Fe_2TiO_5 hasil sintesis bersifat soft magnet dengan medan koersivitas dan magnetisasi remanen

berturut-turut adalah 461 Oe dan 0.2 emu/g. Dengan demikian pada penelitian ini telah berhasil dibuat bahan magnet pseudobrookite Fe_2TiO_5 dari bahan baku sumber daya alam lokal pasir besi.

DAFTAR ACUAN

- [1]. R. S. SINGH, T. H. ANSARI, R. A. SINGH, B. M. WANKLYN and B. E. WATT, *Solid State Commun*, **94** (12) (1995) 1003
- [2]. J. K. SRIVASTAVA, J. HAMMANN, K. ASAI and K. KATSUMATA, *Phys. Lett. A*, **149** (9) (1990) 485
- [3]. T.K. KUNDO, D. CHAKARAVORTY, *Appl. Phys. Lett.*, **66** (1995) 3576
- [4]. E. KHOSRAVI, M. K. RAZI, M. ENHESSARI, *Int. J. Bio-Inorg. Hybd. Nanomat.*, **1** (2) (2012) 115-122
- [5]. G. S. GINLEY and M. A. BUTLER, *J. Appl. Phys.*, **48** (5) (1977) 2019
- [6]. G. S. GINLEY and R. BOUGHMAN, *J. Mater. Res. Bull*, **11** (1976) 1539
- [7]. K. M. MIN, K. S. PARK, A. H. LIM, J. C. KIM, D. W. KIM, *Ceramics international*, **38** (7) (2012) 6009-6013
- [8]. M. ZANETA, S. PETRA, M. TROJAN, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **83** (3) (2006) 561-563
- [9]. K. HOUSHYARIA, M. JAVANBAKHTA, L. NAJIA, M. ENHESSARI, *Proceedings of the 4th International Conference on Nanostructures (ICNS4) 12-14 March*, (2012)
- [10]. M. A. MADARE, S. V. SALVI, *Turk J Phys.*, **29** (2005) 25-31
- [11]. J.P. WANG, H.L. LUO, *Magn. Mater*, **131** (1994) 54
- [12]. B. H. TOBY, EXPGUI, *Journal of Applied Crystallography*, (2000)
- [13]. C. ZENER, *Physical Review*, **82** (3) (1951) 403-405
- [14]. W.Q. GUO, S. MALUS, D.H. RYAN, Z. ALTOUNIAN, *J. Phys. Condens. Matter*, **11** (1999) 6337-6346